# FOWERED BY Dialog

Aq. cosmetic surfactant prepn. with elevated viscosity - comprises basis surfactant and thickener system contg. polymer and alkyl polyglycoside

Patent Assignee: HUELS AG

Inventors: BALZER D

# **Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number			Week	ايتنا
EP 511466	A1	19921104	EP 92103006	A	19920222	199245	В
DE 4114141	Ā	19921105	DE 4114141	A	19910430	199246	
NO 9201653	A	19921102	NO 921653	A	19920428	199301	
CA 2067449	A	19921031	CA 2067449	Ā	19920428	199303	
JP 5132411	A	19930528	JP 92110469	A	19920428	199326	
EP 511466	B1	19950802	EP 92103006	A	19920222	199535	
DE 59203074	G	19950907	DE 503074	A	19920222	199541	
			EP 92103006	A	19920222		
US 5464874	A	19951107	US 92817503	A	19920107	199550	
			US 94293602	A	19940822		
ES 2077892	Т3	19951201	EP 92103006	A	1992022	199604	

**Priority Applications (Number Kind Date):** DE 4114141 A ( 19910430) **Cited Patents:** EP 384983 ; EP 388810 ; EP 408965 ; WO 9114761

# **Patent Details**

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes			
			I - I	A61K-007/48				
Designated States (Regional): AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE								
DE 4114141	A		7	C11D-003/22				
JP 5132411	A		7	A61K-007/00	,			
EP 511466		G	-	A61K-007/48				
Designated St	Designated States (Regional): AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE							
DE 59203074	G			1	Based on patent EP 511466			
US 5464874	A		5	!	Cont of application US 92817503			
ES 2077892	T3			A61K-007/48	Based on patent EP 511466			
NO 9201653	A			C11D-003/22				
CA 2067449	Α			C11D-003/22				

# Abstract: EP 511466 A

Aq. cosmetic surfactant prepn. (I) with elevated viscosity comprises: (a) 4-30 wt.% of basis surfactant; and (b) 3-29.5 wt.% of a thickener system and additives. The thickener system comprises (values based on (I)): 3-25 wt.% of alkyl polyglycoside, 0.005-2 wt.% of polymer, and 0.0-2.5 wt.% of foreign electrolyte.

The alkyl polyglycoside is pref. of formula R-O-Zn (II) and has a HLB value of 11.5-17. The polymer is a fatty alcohol ether and/or fatty acid ester with 8-20C (opt. unsatd.) chains, or mixts. of alkoxylated polyalcohols. In the latter case the alkoxide is an ethoxide and the degree of ethoxylation is 20-500. The polyvalent alcohols contain 2-8C atoms. In the former case the polymer is a polyglycol ether with average mol. mass of 2000-25000. (Where R = opt. unsatd. 8-18C alkyl; Zn = a polyglycoside where n = 1-5 hexose or pentose units).

USE/ADVANTAGE - (I) is used in e.g. shower- or bath-prepns., shampoos, lotions or hand creams. (I) are easy to use and are longer-lasting than less viscous prepns. They may also be advantageous from a marketing point of view as low viscosity prepns. are often associated with low concns. of active agent. The alkyl polyglycosides used are environmentally friendly and have, e.g. an LD50 value for rats of more than 10000 mg/k

Dwg.0/1

# EP 511466 B

An aqueous, cosmetic surfactant formulation of elevated viscosity containing 4 to 30% by weight of base surfactants, characterised in that a thickener system which comprises a combination of 3 to 25% by weight of alkyl polyglycoside and 0.005 to 2% by weight of polymer and 0 to 2.5% by weight of watersoluble, inorganic foreign electrolytes is used to elevate the viscosity, where the polymer is (a) a fatty alcohol ether or fatty acid ester having straight-chain or branched, saturated or unsaturated C8-C20 chains or mixtures of alkoxylated polyhydric alcohols having 2 to 8C atoms and/or (b) a C8-C20-fatty acid ester of alkoxylated C8-C20-fatty alcohols, it being possible for the alkyl radicals to be straight-chain or branched, saturated or unsaturated or of mixed structure, and/or (c) a polyglycol ether diester and/or ether having an average molecular mass from 2,000 to 25,000 g/mol and (d) if desired, a cellulose-based polymer or xanthan, and where further constituents are contained if desired.

Dwg.0/1

# US 5464874 A

Aq. cosmetic surfactant compsn. of elevated viscosity, comprises: (a) 4-30 wt.% base surfactant, and (b) 3-29.5 wt.% thickener mixt. and additive.

Cpd. (b) comprises: (i) 3-25 wt.% of alkyl polyglycoside R-O-Zn; (ii) 0.005-2 wt.% polymer, and (iii) 0-2.5 wt.% alkali metal halide, -sulphate, or phosphate, ammonium phosphate, or alkaline earth metal halide or -sulphate as foreign electrolyte. Cpds. (ii) comprises a (3-8C) fatty acid ester of an alkoxylated polyhydric alcohol contg. 3-6 OH gps. with deg. of alkoxylation 20-500 mol. per mol., its corresp. fatty alcohol ether, fatty acid ester of alkoxylated fatty alcohol, etc. R is (8-18C) alkyl; Z is a hexose and/or pentose unit, and n is 1-5.

USE - As shampoo, bath and shower prepn., hand-wash paste, or lotion, having low foreign electrolyte content.

Dwg.0/0

Derwent World Patents Index © 2002 Derwent Information Ltd. All rights reserved. Dialog® File Number 351 Accession Number 9239927





(1) Veröffentlichungsnummer: 0 511 466 A1

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 92103006.0

(9) Int. Cl.5: A61K 7/48, A61K 7/50

2 Anmeldetag: 22.02.92

3 Priorität: 30.04.91 DE 4114141

Veröffentlichungstag der Anmeldung: 04.11.92 Patentblatt 92/45

Benannte Vertragsstaaten:
 AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

7) Anmelder: HÜLS AKTIENGESELLSCHAFT Patentabteilung / PB 15 - Postfach 13 20 W-4370 Mari 1(DE)

Erfinder: Balzer, Dieter, Dr.
 Talstrasse 21
 W-4358 Haltern(DE)

Wässrige Tensidzubereltungen mit erhöhter Viskosität.

Besonders in kosmetischen Tensidformulierungen sind erhöhte Viskositäten erwünscht. Die bisher verwendeten Verdicker weisen zum Teil bezüglich ihres ökologischen Profils erhebliche Nachteile auf. Es werden deshalb neue Verdickersysteme auf Basis von Alkylpolyglycosiden, Polymeren und gegebenenfalls Fremdelektrolyt vorgeschlagen, die diese Nachteile nicht besitzen.

Der Einsatz dieser Verdickermischungen liegt bei üblichen Basistensidformulierungen hauptsächlich in der kosmetischen Anwendung.

10

15

20

25

35

40

50

Die Erfindung betrifft wäßrige, fremdelektrolytarme Tensidzubereitungen mit erhöhter Viskosität zum Einsatz insbesondere in kosmetischen Formulierungen wie z. B. Shampoos, Bade- und Duschpräparaten, Handwaschpasten, Lotionen, etc.

1

Höhere Viskositäten sind in vielen Fällen wünschenswert. Sie erleichtern die Handhabung und gestatten eine einfache Dosierung. Enthält die Zubereitung eine zweite Phase (fest oder flüssig), so vermittelt die erhöhte Viskosität auch höhere Lagerstabilität. Ferner sind aus Marketinggründen höhere Viskositäten wäßriger Tensidzubereitungen willkommen, da der Verbraucher dünnflüssige Präparate häufig mit geringer Wirkstoffkonzentration assoziiert.

Wäßrige Tensidzubereitungen für den o. a. Anwendungszweck enthalten als Hauptkomponente meist Aniontenside wie insbesondere Fettalkoholethersulfate, Fettalkoholsulfate, Fetalkoholsulfosuccinate, Alkansulfonate, Ethercarbonsäuren, etc. zuweilen in Kombination mit Betainen, Ampholyten, Fettsäurealkanolamiden, etc. Eine einfache Viskositätserhöhung durch zugesetzte wasserlösliche anorganische Salze (Fremdelektrolyte) wie NaCl, NH4 Cl, Na2 SO4, etc. ist hierbei letztlich nur bei Fettalkoholether- und Fettalkoholsulfaten möglich, wobei die Elektrolytmengen meist recht hoch liegen müssen, was gewöhnlich unerwünscht ist, da die Elektrolyten in höherer Konzentration hautirritierend wirken. Viele andere insbesondere wegen ihrer hohen Haut- bzw. Schleimhautverträglichkeit für den o. a. Anwendungszweck besonders interessanten Tenside lassen sich durch Fremdelektrolyte nicht oder nur sehr unzureichend verdicken.

Eine gewisse Alternative als Konsistenzregulator stellen Fettsäurealkanolamide dar, doch werden diese in kosmetischen Formulierungen zunehmend unerwünscht, da ein geringer Gehalt an freiem Alkanolamin als Nebenprodukt Anlaß zur Bildung von Nitrosamin sein kann. Gesucht wird daher nach stickstofffreien Additiven anstelle der Alkanolamide (vgl. H. Hensen et al., 2ter Welt-Tensid-Kongreß, Paris 1988, Vol. II, 378 ff.).

Eine mit Nachteilen verbundene Lösung dieses Problems stellen gesättigte oder ungesättigte Fettalkoholoxethylate mit niedrigen Ethoxylierungsgraden, vorzugsweise mit ca. 2,5 mol EO/mol (A. Behler et al., Seifen, Öle, Fette, Wachse 116, 60 (1990) dar. Nachteilig bei diesem Konzept sind das sehr hohe Fettlösevermögen solcher Oxethylate, ihre eingeschränkte Löslichkeit in wäßrigen Systemen und ihre schaumreduzierende Wirkung. Weiterhin ist ihre Wirksamkeit in praxisnahen Zubereitungen, daß heißt bei realistischen Elektrolytenmengen, auf Sulfattenside beschränkt (A. Behler et al. loc. cit.).

Verdickungsmittel für wäßrige Lösungen, die unabhängig vom Tensidtyp wirksam sind, gehören

zur Gruppe der wasserlöslichen Polymere. Geeignete Additive sind hierbei Cellulosederivate und Xanthane, bekannt sind auch Polyethylenglycolderivate (DE 31 40 160), Polyolmonoether (EP-0 303 187), mit Fettsäure veresterte Polyoxyalkylenether des Glycerins oder 1.2-Propandiols (DE 32 39 564) oder anderer mehrwertiger Alkohole (DE 38 43 224), Alkylpolyethylenglykoletherfettsäureester (DE 35 41 813) etc. Die Verdickungswirkung dieser Additive beruht vermutlich darauf, daß ein stark hydratisiertes Netzwerk aufgebaut und das Wasser damit teilweise immobilisiert wird. Zuweilen werden hierbei auch gewisse Synergismen zwischen Tensid und Polymer beobachtet, allerdings ist die zur Einstellung der gewünschten Viskosität notwendige Polymerkonzentration sehr hoch, was einmal zu einer relativ teuren Problemlösung führt und zum anderen ökologisch bedenklich ist, da die Polymere, auch solche auf Polyethylenglycolbasis, nur unzureichend biologisch abbaubar sind. Hinzu kommen bei hohen Polymerkonzentrationen nachteilige Verarbeitungsprobleme und ein zuweilen unbefriedigendes rheologisches Verhalten. Aus alledem folgt, daß Polymere in kosmetischen Zubereitungen möglichst nur in sehr niedrigen Konzentrationen eingesetzt werden sollten.

Ein Konzept, das als Verdickersystem für Tenside gezielt die Kombination Tensid-Polymer ausnützt, wird in DE 38 43 224 beschrieben. Es beansprucht eine Mischung eines nichtionischen Tensids (HLB-Wert von 4 bis 11) mit einem Polymer im Gewichtsverhältnis 10:1 bis 1:10 als Verdikker für andere Tensidsysteme. Als typisch nichtionische Tenside werden Oxethylate mit niedrigen EO-Graden erwähnt, also genau jene Tenside, deren Verdickerwirkung zwar beachtlich ist, die jedoch sowohl toxikologisch hinsichtlich ihrer Haut und Schleimhautverträglichkeit als auch ökologisch (vgl. P. Schöberl et al., Tenside Surfactants Detergents 25,2 (1988), S. Matsumura JAOCS 67, S. 996 (1990) bedenklich ist.

Es bestand daher die Aufgabe, ein System zur Viskositätserhöhung wäßriger, kosmetischer Tensidzubereitungen, das die oben erwähnten Nachteile nicht aufweist und zu einer toxikologisch, ökologisch sowie ökonomisch befriedigenden Lösung führt, aufzufinden.

Die Aufgabe wurde dadurch gelöst, daß einer tensidischen Basisformulierung als Verdicker eine Mischung aus Tensid, Polymer und gegebenenfalls Elektrolyt hinzugefügt wird.

Gegenstand der Erfindung ist daher eine wäßrige, kosmetische Tensidzubereitung mit erhöhter Viskosität enthaltend

55 4 bis 30 Gew.-% Basistenside,

3 bis 29,5 Gew.-% Verdickersystem und Additive, welche dadurch gekennzeichnet sind, daß das Verdickersystem bezogen auf die wäßrige, kosmeti-

15

20

25

35

40

50

55

sche Tensidzubereitung 3 bis 25 Gew.-% Alkylpolyglycosid, 0,005 bis 2 Gew.-% Polymer und 0 bis 2,5 Gew.-% Fremdelektrolyt enthält.

Es wurde überraschend festgestellt, daß durch die erfindungsgemäß verwendeten Alkylpolyglycoside in Kombination mit geringsten Mengen Polymer und gegebenenfalls geringen Mengen Fremdelektrolyt bei kosmetischen Tensidformulierungen ausreichend hohe Viskositäten erreicht werden.

Bei einem Gehalt an Basistensiden der Formulierung von 4 bis 30 %, vorzugsweise 5 bis 25 %, empfiehlt sich für die Verdickerformulierung:

3 bis 25 %, vorzugsweise 4 bis 20 % Alkylpolyglycoside.

0,005 bis 2 %, vorzugsweise 0,01 bis 1,5 % Polymer.

0 bis 2,5 %, vorzugsweise 0 bis 2 % Fremdelektrolyt.

Basistenside sind in wäßrigen kosmetischen Formulierungen übliche Tenside wie insbesondere Fettalkoholethersulfate, Fettalkoholsulfate, carboxymethylierte Fettalkoholoxethylate, Sulfosuccinate, Alkansulfonate, fettsaure Salze, Betaine, Ampholyte, Fettalkoholoxethylate, Sorbitanester, ethoxylierte Sorbitanester, Zuckerester, sowie deren Gemische.

# Alkylpolyglycoside

Erfindungsgemäß eingesetzte Alkylpolyglycoside genügen der Formen I

R-O-Z<sub>n</sub>

in der R für einen linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten aliphatischen Alkylrest mit 10 bis 18 Kohlenstoffatomen oder Gemische davon und Z<sub>n</sub> für einen Polyglycosylrest mit n = 1,1 bis 3 Hexose- oder Pentoseeinheiten oder Gemische davon stehen.

Bevorzugt werden Alkylpolyglycoside mit Fettalkylresten mit 12 bis 16 Kohlenstoffatomen sowie einem Polyglycosylrest von n = 1,1 bis 2,5. Besonders bevorzugt sind Alkylpolyglycoside mit einem HLB-Wert zwischen 11,5 und 17, der z. B. via Emulsionsmethode bestimmt werden kann.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Alkylpolyglycoside können nach bekannten Verfahren auf Basis nachwachsender Rohstoffe hergestellt werden. Beispielsweise wird Dextrose in Gegenwart eines sauren Katalysators mit n-Butanol zu Butylpolyglycosidgemischen umgesetzt, welche mit langkettigen Alkoholen ebenfalls in Gegenwart eines sauren Katalysators zu den gewünschten Alkylpolyglycosidgemischen umglycosidiert werden.

Die Struktur der Produkte ist in bestimmten Grenzen variierbar. Der Alkylrest R wird durch die

Auswahl des langkettigen Alkohols festgelegt. Günstig aus wirtschaftlichen Gründen sind die großtechnisch zugänglichen Tensidalkohole mit 10 bis 18 C-Atomen, insbesondere native Fettalkohole aus der Hydrierung von Fettsäuren bzw. Fettsäurederivaten. Verwendbar sind auch Ziegleralkohol oder Oxoalkohole.

Der Polyglycosylrest Zn wird einerseits durch die Auswahl des Kohlenhydrats und andererseits durch die Einstellung des mittleren Polymerisationsgrades n z. B. nach DE-OS 19 43 689 festgelegt. Im Prinzip können bekanntlich Polysaccharide, z. B. Stärke, Maltodextrine, Dextrose, Galaktose, Mannose, Xylose etc. eingesetzt werden. Bevorzugt sind die großtechnisch verfügbaren Kohlenhydrate Stärke, Maltodextrine und besonders Dextrose. Da die wirtschaftlich interessanten Alkylpolyglycosidsynthesen nicht regio- und stereoselektiv verlaufen, sind die Alkylpolyglycoside stets Gemische von Oligomeren, die ihrerseits Gemische verschiedener isomerer Formen darstellen. Sie liegen nebeneinander mit  $\alpha$ - und  $\beta$ -glycosidischen Bindungen in Pyranose- und Furanoseform. Auch die Verknüpfungsstellen zwischen zwei Saccharidresten sind unterschiedlich.

Erfindungsgemäß eingesetzte Alkylpolyglycoside lassen sich auch durch Abmischen von Alkylpolyglycosiden mit Alkylmonoglycosiden herstellen. Letztere kann man z. B. nach EP-A-0 092 355 mittels polarer Lösemittel, wie Aceton, aus Alkylpolyglycosiden gewinnen bzw. anreichern.

Der Gylcosidierungsgrad wird zweckmäßigerweise mittels <sup>1</sup>H-NMR bestimmt.

Im Vergleich zu allen anderen in kosmetischen Reinigungsmitteln eingesetzten Tensiden gelten die Alkylpolyglycoside als überaus umweltverträglich. So liegt der mittels Kläranlagen-Simulationsmodell/DOC-Analyse bestimmte biologische Abbaugrad für die erfindungsgemäßen Alkylpolyglycoside bei 96  $\pm$  3 %. Diese Zahl ist vor dem Hintergrund zu sehen, daß bei diesem Testverfahren (Totalabbau) bereits ein Abbaugrad > 70 % die Substanz als gut abbaubar gilt.

Auch die akute orale Toxizität LD 50 (Ratte) sowie die aquatische Toxizität LC 50 (Goldorfe) und EC 50 (Daphnien) und Werten von > 10 000 mg/kg, 12 bzw. 30 mg/l liegen um den Faktor 3 bis 5 günstiger als die entsprechenden Werte der heute wichtigsten Tenside. Ähnliches gilt für die bei kosmetischen Formulierungen besonders wichtige Haut- und Schleimhautverträglichkeit.

## Polymere

Erfindungsgemäße Polymere sind insbesondere Derivate alkoxylierter, insbesondere ethoxylierter mehrwertiger Alkohole mit 2 bis 8 C-Atomen wie Ethylenglycol, Propandiol, Glycerin, Butyldiol,

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Erythrit, Pentaerythrit, Arabit, Sorbit, etc. Als Derivate bevorzugt sind Fettsäureester und Fettalkoholether, wobei die gesättigten oder ungesättigten, geradkettigen oder verzweigten Alkylreste 8 bis 20 Kohlenstoffatome besitzen können und der mittlere Alkoxylierungsgrad 20 bis 500 mol/mol beträgt.

Weitere bevorzugte Polymere und Fettsäureester von alkoxylierten, insbesondere ethoxylierten Fettalkoholen entsprechen der Formel II

worin R' ein geradkettiger (oder evtl. auch verzweigter) gesättigter oder ungesättigter Alkylrest mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen oder Gemische davon, R'' ein geradkettiger (oder evtl. auch verzweigter) gesättigter oder ungesättigter Alkylrest mit 8 bis 20 Kohlenwasserstoffatomen oder Gemische davon und m eine Durchschnittszahl von 20 bis 100 bedeuten.

Schließlich werden als Polymere auch Polyglykolether mit mittleren Molmassen zwischen 2 000 und 25 000 bevorzugt.

Als Polymere in Frage kommen - sie sind weniger bevorzugt - auch Polymere auf Cellulose-basis oder Xanthan.

Anwendung können auch Polymergemische finden.

#### Basistenside

In wäßrigen kosmetischen Formulierungen übliche Tenside wie insbesondere Fettalkoholethersulfate, Fettalkoholsulfate, carboxymethylierte Fettalkoholoxethylate, Fettalkoholethersulfosuccinate, Alkansulfonate, fettsaure Salze, Alkylbetaine, Ampholyte, Fettalkoholoxethylate, Fettsäuresorbitanester, ethoxylierte Sorbitanester, Zuckerester, sowie deren Gemische gelten als Basistenside, wobei die Kettenlänge der gesättigten oder ungesättigten, geradkettigen oder verzweigten Alkylkette jeweils 8 bis 22, vorzugsweise 10 bis 20, Kohlenstoffatome beträgt, und die Kationen der anionischen Tenside Na, K, NH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>-Al-kanolammonium oder Mg sind. Die Ethoxylierungsgrade liegen bei den Fettalkoholethersulfaten zwischen bis 5 (vorzugsweise zwischen 2 und 4), bei den carboxylierten Oxethylaten zwischen 2 und 15 (3 bis 10), bei den Fettalkoholethersulfosuccinaten zwischen 1 und 6 (2 bis 4), bei den Fettalkoholoxethylaten zwischen 2 und 25 (2 - 15) mol Ethylenoxid/mol.

#### Elektrolytzusätze

Durch Zusatz von wasserlöslichen Elektrolyten läßt sich die Viskosität der erfindungsgemäßen wäßrigen Tensidzubereitungen für kosmetische Formulierungen gegebenenfalls optimieren, so daß sich in der Regel ihr Zusatz empfiehlt. In Frage

kommen hierzu u. a. Alkali-, Ammonium- und Erdalkalihalogenide, -sulfate oder -phosphate.

#### Weitere Bestandteile

Die erfindungsgemäßen wäßrigen Zubereitungen können weitere Komponenten enthalten, die für den jeweiligen Anwendungszweck bedeutsam sind. In Frage kommen Silikontenside, Eiweißhydrolysate, Duftstoffe, Trübungs- und Perlglanzmittel, Rückfetter, Silikonöle, Feuchthaltemittel, Konservierungsmittel, hautkosmetische Wirkstoffe, Pflanzenextrakte, Puffersubstanzen, Komplexbildner, etc.

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung erläutern:

# Beispiel 1

5 g carboxymethyliertes C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Fettalkoholoxethylat mit 4 mol EO/mol (Carboxymethylierungsgrad 95 %), 5 g C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Alkylpolyglycosid (Glycosiderungsgrad 1.3, HLB-Wert 13.0) und 0,4 g Antil<sup>R</sup> 141 solid wurden bei 50 - 60 °C in Wasser gelöst. Es wurde 1 g NaCl hinzugefügt und mit Wasser mit 100 ml aufgefüllt. Die Viskosität der Lösung bei Scherraten von ca. 10 sec<sup>-1</sup> betrug 3 500 mPa°s.

# Beispiel 2 (Vergleichsbeispiel)

10 g carboxymethyliertes  $C_{12}C_{14}$ -Fettalkoholoxethylat (Carboxymethylierungsgrad 95 %) und 0,4 g Antil<sup>R</sup> 141 solid wurden wie in Beispiel 1 in Wasser gelöst und mit NaCl versetzt. Die Viskosität - gemessen wie in Beispiel 1 - lag bei 2 mPa\*s und war im Vergleich zur reinen Tensidlösung, der 1 % NaCl zugesetzt wurde, durch das Polymer nicht erhöht.

Der Vergleich der Beispiele 1 und 2 zeigt die ungewöhnlich synergistische verdickende Wirkung des Systems Alkylpolyglycosid und Polymer bei bereits niedrigen Elektrolytkonzentrationen im Falle eines Aniontensids, das sich sonst nur schwer verdicken läßt.

## Beispiel 3

Sorbit wurde in Gegenwart von NaOH bei ca. 170 °C ethoxyliert (ca. 300 mol EO/mol) und sodann mit Stearinsäure in Gegenwart von Isopropylitanat als Katalysator bei ca. 210 °C und 30 mbar verestert. Nach ca. 8 h und Einstellung einer OH-Zahl von ≤ 5 mg KOH/g ist die Reaktion beendet. Das Produkt hat einen Erweichungspunkt von ca. 60 °C.

Das so hergestellte Polymer wird nun wäßrigen Lösungen unterschiedlicher Gemische aus C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-

20

25

35

45

55

Fettalkoholethersulfat mit 2 mol EO/mol und  $C_{12}C_{14}$ -Alkylpolyglycosid (Glycosidierungsgrad 1.5, HLB-Wert 13.8) bei Gegenwart von 1 % NaCl in verschiedenen Konzentrationen zugesetzt. Die Viskositätsmessung nach ca. 24 h ergibt die in Abbildung 1 dargestellten Resultate.

Während sich reines Fettalkoholethersulfat durch das zugesetzte Polymer im betrachteten Konzentrationsbereich praktisch nicht verdicken läßt, ist die Viskositätserhöhung in Gegenwart des Alkylpolyglycosids extrem stark. Bei 15 % waschaktiver Substanz und einem FAES/APG-Verhältnis von 1:1 reichen bereits 0,03 % Polymer um eine shampoo-typische Viskosität von ca. 5 000 mPa\*s zu erzielen. Die erfindungsgemäßen Formulierungen zeigen ohne und in Gegenwart von künstlichem Sebum (30 % Triolein, 20 % Tristearin, 20 % Squalan, 15 % Ölsäure, 10 % Palmitinsäure, 5 % Stearinsäure) im Vergleich mit käuflichen Shampoos hervorragendes Schäumvermögen (Reibschaum nach Wilmsmann, 2 g/l).

# Beispiel 4

0,4 g des Sorbit-Polymers aus Beispiel 3 wurden 7,5 g C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Fettalkoholethersulfat mit 2 mol EO/mol und 7,5 g C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Alkylpolyglycosid mit einem Glycosidierungsgrad von 1.5 (HLB-Wert 13.8) zugesetzt und mit Wasser auf 100 ml ergänzt. Die Viskosität der klaren Lösung - gemessen bei einer Scherrate von ca. 10 sec<sup>-1</sup> lag bei ca. 5 000 mPa\*s.

Das Beispiel demonstriert, daß shampoo-gemäße Verdickungen bei der erfindungsgemäßen Formulierung bereits durch sehr niedrige Polymerkonzentrationen ohne Fremdelektrolyt erreichbar sind.

## Beispiel 5

526 g LIPOXOL<sup>R</sup> 4000 (Polyethylenglycol, mittlere Molmasse 4000), 73,7 g Ölsäure und 0,6 g Isopropyltitanat wurden bei 180 °C im Wasserstrahlvakuum ca. 20 h bis zu einer Säurezahl < 1 mg KOH/g erhitzt.

1 g des so hergestellten Diesters wurde zu 100 ml wäßriger Lösung mit 7,5 % carboxymethylierten C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Fettalkoholoxethylat mit 4 mol EO/mol, 7,5 % C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Alkylpolyglycosid (Glycosidierungsgrad 1.5) und 1 % NaCl gegeben. Die Viskosität dieser Lösung lag bei ca. 5 200 mPa\*s; das Schäumvermögen mit und ohne Gegenwart von Sebum ist sehr gut und liegt höher als das verschiedener Marktprodukte.

### Beispiel 6

0,3 % des Sorbit-Polymers von Beispiel 3 wur-

den zu eine wäßrigen Lösung mit 7,5 % Kokosamidopropylbetain und 7,5 %  $C_{12}C_{14}$ -Alkylpolyglycosid (Glycosidierungsgrad 1.3) gegeben, wobei das Betain hersteilungsbedingt 2,2 % NaCl enthielt. Die Viskosität der klaren Lösung lag bei 6 000 mPa\*s. Im Gegensatz hierzu liegt die Viskosität einer 15%igen Betainlösung bei gleicher Polymerkonzentration und Elektrolytgehalt bei 4 mPa\*s. Der Vergleich der Werte demonstriert die hervorragende konsistenzregulierende Wirkung der erfindungsgemäßen Formulierung.

### Beispiel 7

Zu einer wäßrigen Lösung mit 5 % C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Fettalkoholethoxylatsulfosuccinat und ca. 3 mol EO/mol, 5 % C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Alkylpolyglycosid (Glycosidierungsgrad 1.3) und 1 % NaCl wurden 1 % Antil<sup>R</sup> solid gegeben. Die Viskosität des entstandenen klaren Gels liegt bei 17 000 mPa\*s, gemessen bei einer Scherrate von ca. 10 sec<sup>-1</sup>.

#### Beispiel 8

Zu einer wäßrigen Lösung mit 5 % C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Fettalkoholethersulfat (2 mol EO/mol), 5 % C<sub>10</sub>C<sub>12</sub>-Alkylpolyglycosid (HLB-Wert 14.5) und 1 % NaCl werden 0,8 % Sorbit-Polymer (vgl. Beispiel 3) gegeben. Die Viskosität der Lösung liegt bei ca. 4 500 mPa\*s, der Klarpunkt liegt bei 2 \*C, das Schäumvermögen ist hervorragend.

#### Beispiel 9

Zu einer wäßrigen Lösung mit 5 % C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Fettalkoholethersulfat (2 mol EO/mol), 5 % C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-Alkylpolyglycosid (Glycosidierungsgrad 1.5) und 1 % NaCl wird 1 % Antil<sup>R</sup> 141 sollid gegeben. Das entstandene Gel besitzt eine Viskosität von ca. 15 000 mPa\*s bei einer Scherrate von 10 sec<sup>-1</sup> und einen Klarpunkt von 5 °C.

Abbildung 1 zeigt den Viskositätsaufbau mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verdickersystems. Mit steigendem Verhältnis von Alkylpolyglycosid/Fettalkoholethersulfat nimmt die Viskosität extrem stark zu. Zur Herstellung geeigneter Viskositäten reichen hier bereits Polymerkonzentrationen ≤ 0.03 %.

# 50 Patentansprüche

 Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen, mit erhöhter Viskosität enthaltend
 bis 30 Gew.-% Basistenside,

3 bis 29,5 Gew.-% Verdickersystem und Additive

dadurch gekennzeichnet, daß das Verdickersystem bezogen auf die wäßrige, kosmetische Tensidzubereitung 3 bis 25 Gew.-% Alkylpolyglycosid, 0,005 bis 2 Gew.-% Polymer und 0 bis 2,5 Gew.-% Fremdelektrolyt enthält.

 Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkylpolyglycosid der Formel I

R-O-Z<sub>n</sub> (I

entspricht, wobei R für einen linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten Alkylrest mit 8 bis 18 C-Atomen oder Gemische davon und Z<sub>n</sub> für einen Polyglycosidrest mit n = 1 bis 5 Hexose- oder Pentoseeinheiten oder Gemische davon stehen.

- Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkylpolyglycosid ein Alkylpolyglycosid mit einem HLB-Wert zwischen 11,5 bis 17 ist.
- 4. Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer ein Fettalkoholether oder Fettsäureester mit geradkettigen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>-Ketten oder Gemischen von alkoxylierten mehrwertigen Alkoholen ist.
- Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkoxylat ein Oxethylat ist und der Ethoxylierungsgrad zwischen 20 und 500 liegt.
- Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen nach den Ansprüchen 4 und 5, dadurch gekennzeichnet, daß die mehrwertigen Alkohole 2 bis 8 Kohlenstoffatome haben.
- 7. Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer ein C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>-Fettsäureester von alkoxylierten C<sub>9</sub>-C<sub>20</sub>-Fettslkoholen ist, wobei die Alkylreste geradkettig oder verzweigt, gesättigt oder unverzweigt bzw. gemischt strukturiert sein können.
- 8. Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen

nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer ein Polyglykolether mit einer mittleren Molmasse zwischen 2 000 und 25 000 ist.

 Wäßrige, kosmetische Tensidzubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß Polymergemische eingesetzt werden.

20

10

15

30

25

35

40

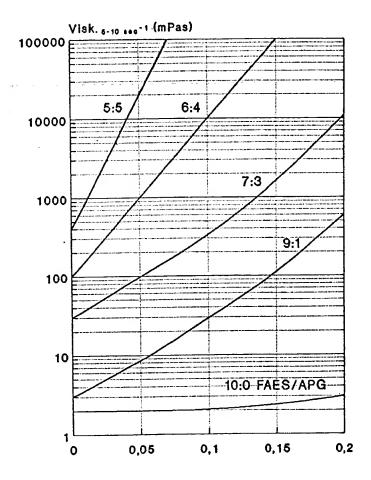
50

45

55

Abbildung 1

Verdickungen C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-FAES/C<sub>12</sub>C<sub>14</sub>-APG 15% WAS, 1% NaCI, 25°C



Sorbit • 300 EO • Hexastearat



# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

ΕP 92 10 3006

ategorie	Kennzeichnung des Dokuments der maßgeblichen	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (lat. Cl.5)		
,	EP-A-0 388 810 (KAO CORPO * das ganze Dokument *	RATION)	1-3	A61K7/48 A61K7/50	
	EP-A-C 408 965 (KAD CORPORT * das ganze Dokument *	RATION)	1-5		
	EP-A-0 384 983 (HULS AKTII * das ganze Dokument *	ENGESELLSCHAFT)	1-4,8		
ŢΧ	WO-A-9 114 761 (HENKEL KG * das ganze Dokument *	<b>M</b> )	1-3	. = 4.	
	· ·	•			
				RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)	
				A61K C11D	
	•				
Der v	orliegende Recherchenbericht wurde f	ür alle Patentansprüche erstellt			
Recharchement		Abschintentum der Recherche		Prefer	
DEN HAAG		13 AUGUST 1992	COUC	KUYT P.J.R.	

- X : voa besonserer Bedeutung auten beruckung
  y : voa besonserer Bedeutung in Verbindung mit einer
  anderen Verbiffentlichung derselben Kategoria
  A : technologischer Hintergruod
  C : alchtschriftliche Offenbarung
  P : Zwischenliteratur

D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument